

CLIPPEDIMAGE= JP409272970A

PAT-NO: JP409272970A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 09272970 A

TITLE: HIGH PURITY COBALT SPUTTERING TARGET AND ITS MANUFACTURE

PUBN-DATE: October 21, 1997

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

KANANO, OSAMU

YASUI, KOICHI

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

JAPAN ENERGY CORP

COUNTRY

N/A

APPL-NO: JP08108671

APPL-DATE: April 5, 1996

INT-CL (IPC): C23C014/34; C22F001/10 ; C23C014/14 ; H01L021/203 ;
C23C014/35

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To manufacture the target high in sputtering rate, excellent in utilization efficiency and appropriately used for magnetron sputtering by working a high purity Co ingot under specified conditions and forming the working ingot having a worked texture as it is into a target so that the target has low and high magnetic permeability values in the directions parallel and perpendicular to the sputtering surface, respectively.

SOLUTION: In the manufacture of this target for forming a thin film, a high purity ingot is subjected to plastic working at 1,100 to 1,200°C and, thereafter, to warm working at $\leq 450^{\circ}\text{C}$ into a worked ingot having a worked texture, and then, the worked ingot is formed as it is into a target without causing any recrystallization. This, the objective thick target which has permeability values in the directions parallel and perpendicular to the

sputtering surface of ≤ 12 and ≥ 36 , respectively and also a minimum content of harmful impurities, can be obtained. In this tarter, particularly, the ratio $(I_{(002)}/I_{(001)})$ of X-ray diffraction peal intensity $(I_{(002)})$ with respect to the (002) plane to that $(I_{(001)})$ with respect to the (001) plane of the sputtering surface is ≥ 4 and this ratio $(I_{(002)}/I_{(001)})$ of the surface perpendicular to the sputtering surface is < 1 .

COPYRIGHT: (C)1997,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-272970

(43) 公開日 平成9年(1997)10月21日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C	14/34		C 2 3 C 14/34	A
C 2 2 F	1/10		C 2 2 F 1/10	J
C 2 3 C	14/14		C 2 3 C 14/14	D
H 0 1 L	21/203		H 0 1 L 21/203	S
// C 2 3 C	14/35		C 2 3 C 14/35	Z
審査請求 未請求 請求項の数 8 F D (全 8 頁)				

(21) 出願番号 特願平8-108671

(22) 出願日 平成8年(1996)4月5日

(71) 出願人 000231109

株式会社ジャパンエナジー

東京都港区虎ノ門二丁目10番1号

(72) 発明者 叶野 治

茨城県北茨城市華川町白場187番地4 株式

会社ジャパンエナジー磯原工場内

(72) 発明者 安井 浩一

茨城県北茨城市華川町白場187番地4 株式

会社ジャパンエナジー磯原工場内

(74) 代理人 弁理士 倉内 基弘 (外1名)

(54) 【発明の名称】 高純度コバルトスパッタリングターゲット及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 スパッタリング速度が大きく、ターゲットの利用効率に優れた、マグネトロンスパッタリングの用途に適した高純度コバルトスパッタリングターゲット製造技術の確立。

【解決手段】 スパッタ面に平行な方向の透磁率が1.2以下であり、スパッタ面に垂直な方向の透磁率が3.6以上であることを特徴とする、有害な不純物が最小限しか含まれていない高純度コバルトスパッタリングターゲット。(002)面のX線回折ピーク強度 $I_{(002)}$ と(100)面のX線回折ピーク強度 $I_{(100)}$ との比 $I_{(002)}/I_{(100)}$ が、スパッタ面において $I_{(002)}/I_{(100)} \geq 4$ であるかまたはスパッタ面に垂直な面において $I_{(002)}/I_{(100)} < 1$ とする。製造に当たっては、結晶配向性と加工歪の残量をコントロールする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 薄膜形成用高純度コバルトスパッタリングターゲットにおいて、スパッタ面に平行な方向の透磁率が1.2以下であり、スパッタ面に垂直な方向の透磁率が3.6以上であるよう透磁率を制御したことを特徴とする、高純度コバルトスパッタリングターゲット。

【請求項2】 薄膜形成用高純度コバルトスパッタリングターゲットにおいて、スパッタ面に平行な方向の透磁率が1.2以下であり、スパッタ面に垂直な方向の透磁率が3.6以上であるよう透磁率を制御し、その場合、(002)面のX線回折ピーク強度 $I_{(002)}$ と(100)面のX線回折ピーク強度 $I_{(100)}$ との比 $I_{(002)} / I_{(100)}$ が、スパッタ面において $I_{(002)} / I_{(100)} \geq 4$ であるかまたはスパッタ面に垂直な面において $I_{(002)} / I_{(100)} < 1$ であることを特徴とする高純度コバルトスパッタリングターゲット。

【請求項3】 高純度コバルトスパッタリングターゲットが、ナトリウム含有量：0.05ppm以下、カリウム含有量：0.05ppm以下、鉄、ニッケル、クロムの各元素の含有量：10ppm以下、ウラン含有量：0.1ppb以下、トリウム含有量：0.1ppb以下、残部コバルト及びその他の不可避不純物であることを特徴とする請求項1乃至2の高純度コバルトスパッタリングターゲット。

【請求項4】 高純度コバルトスパッタリングターゲットが、ナトリウム含有量：0.05ppm以下、カリウム含有量：0.05ppm以下、鉄、ニッケル、クロムの各元素の含有量：10ppm以下、ウラン含有量：0.1ppb以下、トリウム含有量：0.1ppb以下、炭素含有量：50ppm以下、酸素含有量：100ppm以下、残部コバルト及びその他の不可避不純物であることを特徴とする請求項1乃至2の高純度コバルトスパッタリングターゲット。

【請求項5】 厚さが3.0mm以上、6.36mm以下であることを特徴とする、請求項1〜4項の高純度コバルトスパッタリングターゲット。

【請求項6】 薄膜形成用高純度コバルトスパッタリングターゲットの製造方法において、高純度コバルトインゴットを1100〜1200℃で塑性加工した後、冷間加工を行って加工集合組織を形成した後、再結晶をさせないで加工集合組織のままターゲットにすることを特徴とする請求項1〜5のいずれかに記載の高純度コバルトスパッタリングターゲットを製造する方法。

【請求項7】 薄膜形成用高純度コバルトスパッタリングターゲットの製造方法において、高純度コバルトインゴットを1100〜1200℃で塑性加工した後、450℃以下での温間加工を行って加工集合組織を形成した後、再結晶をさせないで加工集合組織のままターゲットにすることを特徴とする請求項1〜5のいずれかに記載の高純度コバルトスパッタリングターゲットを製造する

方法。

【請求項8】 薄膜形成用高純度コバルトスパッタリングターゲットの製造方法において、高純度コバルトインゴットを1100〜1200℃で塑性加工した後、冷間加工と続いての450℃以下での温間加工を行って加工集合組織を形成した後、再結晶をさせないで加工集合組織のままターゲットにすることを特徴とする請求項1〜5のいずれかに記載の高純度コバルトスパッタリングターゲットを製造する方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、薄膜形成用スパッタリングターゲットに関し、特に、マグネトロンスパッタ用の高純度コバルトスパッタリングターゲットに関する。本発明の高純度コバルトスパッタリングターゲットは、VLSIの電極及び配線形成用のターゲット材として好適に用いることができる。

【0002】

【従来の技術】 従来、半導体デバイスにおける電極材料としてポリシリコンが主に用いられてきたが、LSIの高集積化に伴い、モリブデン、タングステン等のシリサイドにかわり、さらにはチタン、コバルトシリサイドの活用に関心が集まっている。また、従来から用いられてきたAl、Al合金にかえてコバルトを配線材として用いる試みも進んでいる。こうした電極や配線は代表的に、コバルト製ターゲットをアルゴン中でスパッタすることにより形成される。

【0003】 スパッタリング後に形成される半導体部材は、信頼性のある半導体動作性能を保証するためには、半導体デバイスに有害な金属不純物が最小限しか含まれていないことが重要である。有害な不純物としては、

(1) Na、K等のアルカリ金属

(2) U、Th等の放射性元素

(3) Fe、Ni、Cr等の遷移金属

が挙げられる。Na、K等のアルカリ金属は、ゲート絶縁膜中を容易に移動し、MOS-LSI界面特性の劣化の原因となる。そして、U、Th等の放射性元素は該元素より放出する α 線によって素子のソフトエラーの原因となる。一方、Fe、Ni、Cr等の重金属もまた界面接合部のトラブルの原因となる。

【0004】 一方、コバルトは強磁性体であるために磁場のある場所に置かれたときにターゲット自体が磁化されるという現象が起きる。現在のスパッタリング技術は単に Ar^+ をターゲットに照射するのでなく、磁場の影響を借りて Ar^+ の集中を加速させるいわゆる「マグネトロンスパッタリング」がほとんどである。つまり、コバルトターゲットは、スパッタ装置内で磁場の影響を受けることになる。

【0005】 マグネトロンスパッタ法の原則は磁石をターゲットの裏にセットし、ターゲット表面に磁界を出

現させ、磁界の助けを借りて Ar^+ を捕捉するものである。 Ar^+ の捕捉の効率は、ターゲットの表面からいかに強い磁場を出現させられるかにかかっている。ここでターゲットが強磁性体であるということは、ターゲット内部が磁化されるということであり、磁力線が磁気抵抗の低いターゲットの内部を走ることになり、結果としてターゲットの表面まで貫通してくる磁力線の数が増減し、有効な Ar^+ イオンの捕捉効率が悪くなる。そのためスパッタリング速度が低下するという問題があった。これは強磁性体ターゲットでは避けられないことである。

【0006】このような強磁性体ターゲットの使用時の問題に対して、従来は、ターゲットの厚さを小さくしてターゲット表面に漏れる磁場を大きくする方法が採られているが、ターゲットの消耗が早く頻繁に交換する必要があったり、局部的消耗による利用効率の低さの問題などがあった。

【0007】また、特開昭63-227775号は、強磁性体ターゲットの透磁率を低下させることを目的として製品ターゲットの内部応力を高めるために加工組織を残存させるべく成形加工の最終段階で最大50%までの塑性加工を施すことを記載している。ターゲットとしては、Co合金やFe合金が例示されている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】しかし、透磁率を低下させることを目的として製品ターゲットの内部応力を高めるために加工組織を残存させるべく成形加工の最終段階で最大50%までの組成加工を施すという大まかな条件設定では、今後の高純度コバルトスパッタリングターゲットにおいては、十分ではない。また、今後、ターゲットの厚さを増加する要求が出てくることが十分に予想される。厚いコバルトスパッタリングターゲットはそりの問題もなく、また使用効率もよく、従って製造側及び使用者側双方にとって大きなメリットだからである。特に、高純度コバルトターゲットの場合、高純度コバルト材が高価なため、使用効率の良い厚いターゲットは有益である。

【0009】本発明の課題は、高純度コバルトスパッタリングターゲットを対象として、スパッタリング速度が大きく、ターゲットの利用効率に優れた、マグネトロンスパッタリングの用途に適した高純度コバルトスパッタリングターゲット製造技術を確認することである。本発明の別の課題は、厚さが3.0mm以上、6.36mm以下、例えば4~6.35mmといった厚い高純度コバルトスパッタリングターゲットを提供することである。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、鋭意努力した結果、高純度コバルトインゴットを特定条件で加工し、再結晶をさせないで加工集合組織のままターゲットにし、スパッタ面に平行な方向の透磁率を特定範囲に小

さくする一方、スパッタ面に垂直な方向の透磁率を特定範囲に大きくすることによって、また特には結晶配向が(002)面のX線回折ピーク強度 $I_{(002)}$ と(100)面のX線回折ピーク強度 $I_{(100)}$ との比 $I_{(002)} / I_{(100)}$ を特定範囲にコントロールされたものとすることによって上記の課題を解決し得ることを見いだした。これら知見は、加工組織を残存させるべく単に成形加工の最終段階で最大50%までの塑性加工を施すことを記載する特開昭63-227775号から大きく進展したものである。

【0011】これに基づいて、本発明は、(1)薄膜形成用高純度コバルトスパッタリングターゲットにおいて、スパッタ面に平行な方向の透磁率が1.2以下であり、スパッタ面に垂直な方向の透磁率が3.6以上であるよう透磁率を制御したことを特徴とする、高純度コバルトスパッタリングターゲット、及び(2)薄膜形成用高純度コバルトスパッタリングターゲットにおいて、スパッタ面に平行な方向の透磁率が1.2以下であり、スパッタ面に垂直な方向の透磁率が3.6以上であるよう透磁率を制御し、その場合、(002)面のX線回折ピーク強度 $I_{(002)}$ と(100)面のX線回折ピーク強度 $I_{(100)}$ との比 $I_{(002)} / I_{(100)}$ が、スパッタ面において $I_{(002)} / I_{(100)} \geq 4$ であるかまたはスパッタ面に垂直な面において $I_{(002)} / I_{(100)} < 1$ であることを特徴とする高純度コバルトスパッタリングターゲットを提供する。

【0012】(1)もしくは(2)の高純度コバルトスパッタリングターゲットは、好ましくは、ナトリウム含有量: 0.05ppm以下、カリウム含有量: 0.05ppm以下、鉄、ニッケル、クロムの各元素の含有量: 10ppm以下、ウラン含有量: 0.1ppb以下、トリウム含有量: 0.1ppb以下、望ましくは炭素含有量: 50ppm以下、望ましくは酸素含有量: 100ppm以下、残部コバルト及びその他の不可避不純物のものである。

【0013】(1)もしくは(2)の高純度コバルトスパッタリングターゲットは3.0mm以上、6.36mm以下の厚さとすることができる。

【0014】更に、本発明は、薄膜形成用高純度コバルトスパッタリングターゲットの製造方法において、高純度コバルトインゴットを1100~1200℃で塑性加工した後、(A)冷間加工または(B)450℃以下での温間加工または(C)冷間加工と続いての450℃以下での温間加工を行って加工集合組織を形成した後、再結晶をさせないで加工集合組織のままターゲットにすることを特徴とする上記の高純度コバルトスパッタリングターゲットを製造する方法を提供するものである。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明において、「高純度コバルト」とは、半導体デバイスに有害な不純物が最小限しか

10

20

30

40

50

含まれていない、純度99.99%以上、好ましくは純度99.999%のものである。すなわち、Na、K等のアルカリ金属、U、Th等の放射性元素、Fe、Ni、Cr等の遷移金属を極力排除したものであることが必要である。なぜなら、Na、K等のアルカリ金属は、ゲート絶縁膜中を容易に移動し、MOS-LSI界面特性の劣化の原因となり、U、Th等の放射性元素は該元素より放出する α 線によって素子のソフトエラーの原因となり、一方、Fe、Ni、Cr等の重金属もまた界面接合部のトラブルの原因となるからである。

【0016】好ましくは、ナトリウム含有量：0.05ppm以下、カリウム含有量：0.05ppm以下、鉄、ニッケル、クロムの各元素の含有量：10ppm以下、ウラン含有量：0.1ppb以下、トリウム含有量：0.1ppb以下；残部コバルト及びその他の不可避不純物となるようにする。

【0017】このような高純度コバルトは、例えば、特開平6-192874号などのような電解精製法、特開平6-192879号、特開平7-3468号などのような電解精製法と溶媒抽出法とを組み合わせる方法、特願平7-80830号あるいは特願平7-80831号の

ような陰イオン交換法と電解採取法または電解精製とを組み合わせ、さらに必要に応じてEB溶解などの真空溶解法を行うことによって得ることができる。

【0018】例えば、特願平7-80831号においては、塩酸濃度が7~12Nの塩化コバルト水溶液を、陰イオン交換樹脂と接触させコバルトを吸着させた後、1~6Nの塩酸を用いてコバルトを溶離し、得られた水溶液を蒸発乾固または濃縮した後、pH=0~6の高純度塩化コバルト水溶液とし、該水溶液電解液として電解精製し、さらに必要に応じてEB溶解などの真空溶解法を行うことによる高純度コバルトの製造方法が提唱されている。

【0019】また、C、O等のガス成分も、成膜後の膜の電気抵抗を上げ、また膜の表面形態にも影響を与えるなどの理由で好ましくないと考えられている。陰イオン交換法-電解精製法において使用する陰イオン交換樹脂からある種の有機物が電解精製中に少量ずつ流れだし、電解液中に混合して、ターゲット中に炭素や酸素等のガス成分として混入する可能性があることを見出した。そして、陰イオン交換法-電解精製法に活性炭処理を組み合わせ、さらに必要に応じて真空溶解法を行うことにより、不純物であるアルカリ金属、放射性元素、遷移金属のみならず、炭素や酸素等のガス成分についても低減した、スパッタリングターゲット用の高純度コバルトを安定してかつ容易に、しかも低コストで大量生産が可能となった。こうして、ナトリウム含有量0.05ppm以下、カリウム含有量0.05ppm以下、鉄、ニッケル、クロムの各元素の含有量1ppm以下、ウラン含有量0.01ppb以下、トリウム含有量0.01ppb

以下、炭素含有量50ppm以下、好ましくは10ppm以下、酸素含有量100ppm以下；残部がコバルト及びその他の不可避不純物である高純度コバルトスパッタリングターゲットを得ることができる。

【0020】そして、このような方法によって得られた高純度コバルトの透磁率を所定の値にするためには、結晶配向性（加工集合組織）及び加工歪の残量をコントロールすれば良い。

【0021】①結晶配向性（加工集合組織）

10 冷間圧延直後の異方性の強い配向を有する組織が加工集合組織である。コバルトは常温で六方晶構造であり、加工の方法によっては異方性を出すことが可能である。具体的には、圧延面に（002）面が強く配向し、圧延面と垂直な面には（002）面と垂直な面である（100）面が強く配向する加工集合組織を創出することができる。他方、材料の磁化のされ方の程度を原子レベルで見ると結晶方向によって異なることが判っている。そこで、磁化容易方向（透磁率 μ が大きい）をスパッタ面に垂直な方向に、磁化難易方向（透磁率 μ が小さい）をスパッタ面に平行な方向になるように加工を行えば目的は達成される。すなわち、コバルトの磁化容易方向である<002>軸方向をスパッタ面に垂直な方向にそして磁化難易方向である<101>軸または<100>軸方向をスパッタ面に平行な方向になるように配向性をコントロールすれば良い。重要な点は、コバルトの場合、加工集合組織の持っている配向が本発明の透磁率コントロール目的に好都合であるから、それを生かして、熱処理を行わず、加工集合組織のまま使用することである（冷間圧延後、しかるべき温度で熱処理すれば加工集合組織ではなく、再結晶集合組織となり、別の配向を持つよう

20 30 40 50

【0022】②加工歪

熱処理を行わないことはまた、加工歪を残存させることを意味し、この加工歪もまた透磁率の低減に有効である。一般に材料の磁化には磁壁の移動や回転が必要であり、加工歪や導入転位は、これら磁壁の移動、回転を妨げる役割を果たす。従って、同じ結晶方位であっても歪のない状態と歪のある状態とでは透磁率の値が異なり、内部歪は透磁率を大きく低下させる。

【0023】従って、圧延面に（002）面が強く配向

し、圧延面と垂直な面には(002)面と垂直な面である(100)面が強く配向する加工集合組織を生かして、熱処理を行わず、加工歪の残存する加工集合組織のまま機械加工することにより、所要の透磁率を有するターゲットを製造することができる。

【0024】本発明においては、ターゲットは、インゴット溶製以降、EBインゴットの熱間鍛造、熱間圧延、黒皮(表面酸化層)除去、冷間圧延または適当な温度に加熱して温間圧延の工程を経由して目標厚みまで落とし、その後最終ターゲット寸法に合わせての機械加工(外径研削、面削)とボンディングを行うことにより作製される。もちろん、これに限定されるものではなく、多くのバリエーションが存在し、例えば、熱間鍛造の代わりに熱間圧延を行うこともできる。また、黒皮除去後、冷間圧延を例えば20%実施した後例えば400℃での温間圧延で最終厚みまで落とすことができ、この方法は透磁率をコントロールするのに非常に効果がある。

【0025】こうして、(1)高純度コバルトインゴットに1100~1200℃での塑性加工(鍛造又は圧延)を施した後、冷間加工または450℃以下の温間加工した後、再結晶をさせないで加工集合組織のままターゲットにすることにより、あるいは(2)高純度コバルトインゴットを1100~1200℃での塑性加工(鍛造又は圧延)を施した後、冷間加工と続いての450℃以下の温間加工した後、再結晶をさせないで加工集合組織のままターゲットにすることにより、スパッタ面に平行な方向の透磁率が12以下であり、スパッタ面に垂直な方向の透磁率が36以上である高純度コバルトスパッタリングターゲットを製造することができる。温間加工温度を450℃以下としたのは、これ以上高い温度に熱すると加工集合組織が再結晶集合組織に変わる恐れがあるためである。

【0026】上記のように結晶配向性と加工歪みを制御し、透磁率を所望の範囲に制御することによって、ターゲットのスパッタ表面に漏れる磁場を大きくすることができ、その結果、スパッタ速度の向上およびターゲットの利用効率の向上を図ることが可能となる。また、従来より厚い、3.0mm以上、特に3.5mmを超、6.36mm乃至それ以上に至る厚さを有するターゲットを得ることが可能となる。

【0027】

【実施例】

(実施例1) 電解精製法及びEB溶解法を行うことにより不純物量を低減した高純度コバルトインゴット(80mmφ×120mm)を製造した。得られた高純度コバルトインゴットを1150℃に加熱し、鍛造により240mm×240mm×10mmとした。この鍛造板を1100℃に加熱して熱間圧延で295mm×295mm×6.5mmとし、表面酸化層をグラインダーで軽く除去後、冷間圧延で5.0mmとした。こうして配

向性がコントロールされた圧延板を、熱処理することなく、そのまま機械加工でターゲット径(300mmφ)に仕上げ、両面を軽く面削し、4mmの板厚となった時点でバックングプレートにボンディングした。ボンディング後、ターゲット表面を更に面削し、厚み3mmのスパッタリングターゲットを製造した。最終面削より先にバックングプレートへのボンディングを行うのは、ボンディング前に最終厚さの3mmまで面削してしまうとターゲットが反ってしまい、ボンディングできなくなるからである。

【0028】(実施例2) 実施例1と同じEBインゴットを用い、熱間鍛造と熱間圧延とを同様に言い、黒皮除去後、400℃での温間圧延により5mmとした。こうして配向性がコントロールされた圧延板を、熱処理することなく、実施例1と同様に3mm厚のスパッタリングターゲットに仕上げた。

【0029】(実施例3) 実施例1と同じEBインゴットを用い、熱間鍛造により240mm×240mm×10mmとした、熱間圧延により268mm×268mm×8mmとした。黒皮除去後、冷間圧延により7.7mmとした後、更に400℃での温間圧延を行い5mmとした。こうして配向性がコントロールされた圧延板を、熱処理することなく、実施例1と同様に3mm厚の厚みのターゲットを製造した。

【0030】(実施例4) ここでは、厚さ4.0mmのターゲットの製造例を示す。80mmφ×138mmのEBインゴットを製造し、熱間鍛造で240mm×240mm×12mmとし、熱間圧延で292mm×292mm×8.1mmとし、黒皮除去後、更に冷間圧延を施し330mm×330mm×6.1mmとし、熱処理をせずに厚さ4.0mmのターゲットを製造した。

【0031】(実施例5) 同じく、厚さ4.0mmのターゲットの製造例を示す。80mmφ×138mmのEBインゴットを製造し、熱間鍛造と熱間圧延で260mm×260mm×10mmとした。黒皮除去後、冷間圧延で290mm×290mm×7.7mmとした後、400℃の温間圧延で6mm厚にし、熱処理をせずに厚さ4.0mmのターゲットを製造した。

【0032】(実施例6) ここでは、厚さ6.35mmのターゲットの製造例を示す。80mmφ×175mmのEBインゴットを製造し、熱間鍛造と熱間圧延で260mm×260mm×13mmとした。黒皮除去後、冷間圧延で290mm×290mm×10mmとした後、400℃の温間圧延で8.2mm厚にし、熱処理をせずに厚さ6.35mmのターゲットを製造した。

【0033】(実施例7) 陰イオン交換法—電解精製法に活性炭処理を組み合わせ、更にEB溶解法を行うことにより、ガス成分不純物量をも低減した高純度コバルトインゴットを製造した。このEBインゴットを実施例1と同様の加工方法で加工し、実施例1と同様に3mm厚

10

20

30

40

50

のスパッタリングターゲットを製造した。

【0034】(比較例1) 実施例1と同じく、電解精製法及びEB溶解法を行うことにより不純物量を低減した高純度コバルトインゴット(80mmφ×120mm)を製造した。得られた高純度コバルトインゴットを1150℃に加熱し、鍛造により240mm×240mm×10mmとした。この鍛造板を1100℃に加熱して熱間圧延で295mm×295mm×6.5mmとし、表面酸化層をグラインダーで軽く除去後、冷間圧延で5.0mmとした。冷間圧延後に850℃で熱処理をおこなった。熱処理後、実施例1と同じく、機械加工*

*でターゲット径(300mmφ)に仕上げ、両面を軽く面削し、4mmの板厚となった時点でバックングプレートにボンディングした。ボンディング後、ターゲット表面を更に面削し、厚み3mmのスパッタリングターゲットを製造した。冷間圧延後に850℃で熱処理をおこなう点のみ実施例1と異なる。

【0035】(結果) 得られたスパッタリングターゲットについて、不純物量分析結果を次の表1に示す。

【0036】

【表1】

	Fe	Ni	Cr	Na	K	U	Th
実施例1~6 及び比較例1	0.2	0.2	0.2	<0.05	<0.05	<0.01	<0.01

	Fe	Ni	Cr	Na	K	U	Th	C	O	N	H
実施例7	0.2	0.2	0.2	<0.05	<0.05	<0.01	<0.01	6	80	2	<0.1

[単位: ppm、U、Thはppb]

【0037】実施例1のターゲットについて、スパッタ面でのX線回折チャートを図1に、そしてスパッタ面に垂直な面でのX線回折チャートを図2にそれぞれ示す。また、比較例1のターゲットについて、スパッタ面でのX線回折チャートを図3に、そしてスパッタ面に垂直な面でのX線回折チャートを図4にそれぞれ示す。

【0038】また、実施例1、2、3、4、5、6、7及び比較例1について、スパッタ面に平行な方向の透磁率およびスパッタ面に垂直な方向の透磁率の測定結果、並びに(002)面のX線回折ピーク強度 $I_{(002)}$ と

(100)面のX線回折ピーク強度 $I_{(100)}$ との比 $I_{(002)}/I_{(100)}$ ※
ターゲットの透磁率、配向

※(002) / $I_{(100)}$ の測定結果を表2に示す。

20 【0039】さらに実施例1、2、3、4、5、6、7及び比較例1のスパッタリングターゲットを用いてマグネトロンスパッタリングを行い、成膜試験を行った。同一のスパッタ条件でスパッタを行った場合のスパッタ速度を表3に示す。スパッタリング条件は、ガス圧0.5 Pa (3.8mtorr) そしてスパッタパワーは3.0W/cm²とした。

【0040】

【表2】

	μ (スパッタ面に 平行な方向)	μ (スパッタ面に 垂直な方向)	$I_{(002)}/I_{(100)}$ (スパッタ面)	$I_{(002)}/I_{(100)}$ (スパッタ面垂直面)
実施例1	10.0	50.0	18.0	0.30
実施例2	11.5	45.0	12.0	0.50
実施例3	7.0	55.0	24.0	0.25
実施例4	10.0	50.0	18.0	0.30
実施例5	7.0	55.0	25.0	0.25
実施例6	7.0	55.0	26.0	0.25
実施例7	10.0	50.0	18.0	0.30
比較例1	30.0	28.0	<0.1	<0.1

【0041】

★ ★【表3】

	スパッタ速度	備 考
実施例1	13 Å/sec	量産ラインでの成膜可能
実施例2	11 Å/sec	同上
実施例3	18 Å/sec	同上
実施例4	8 Å/sec	同上
実施例5	10 Å/sec	同上
実施例6	6 Å/sec	同上
実施例7	13 Å/sec	量産ラインでの成膜可能
比較例1	<1 Å/sec	事実上成膜できない。

(注) Coのスパッタ速度は非磁性体ターゲットと比べると小さいが、必要とされるCo膜の膜厚は一般に薄いので、この程度のスパッタ速度でも十分生産ラインで使用可能である。

【0042】実施例7のターゲットを用いて膜厚30 nmの膜を作成し、その電気抵抗を測定したところ、as deposited で $35 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ 、さらに700°Cアニール膜では $10 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ の低抵抗膜であった。

【0043】

【発明の効果】本発明の薄膜形成用高純度コバルトスパッタリングターゲットは、スパッタ面に平行な方向の透磁率を小さくする一方、スパッタ面に垂直な方向の透磁率を大きくすることによって、スパッタリング速度を大きくすることができる。また、局所的な消耗が小さくなるためターゲットの利用効率に優れる。ターゲットの厚さを大きくすることが可能となるため、ターゲットのそりの問題が排除され、またターゲットの交換頻度を少な

*くすることができる。そして、不純物含有量も極めて少ないためVLSIの電極及び配線形成用のターゲット材として好適に用いることができる。

【図面の簡単な説明】

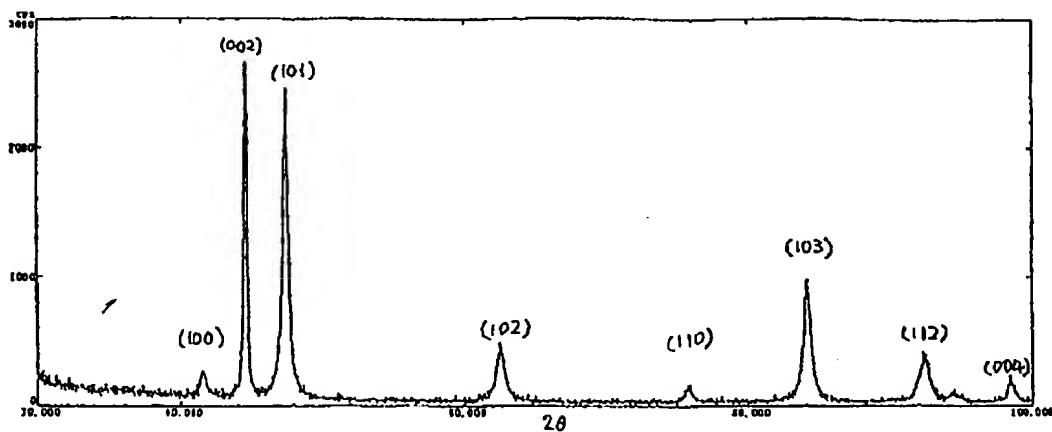
【図1】実施例1のターゲットについて、スパッタ面でのX線回折チャートである。

【図2】実施例1のターゲットについて、スパッタ面に垂直な面でのX線回折チャートである。

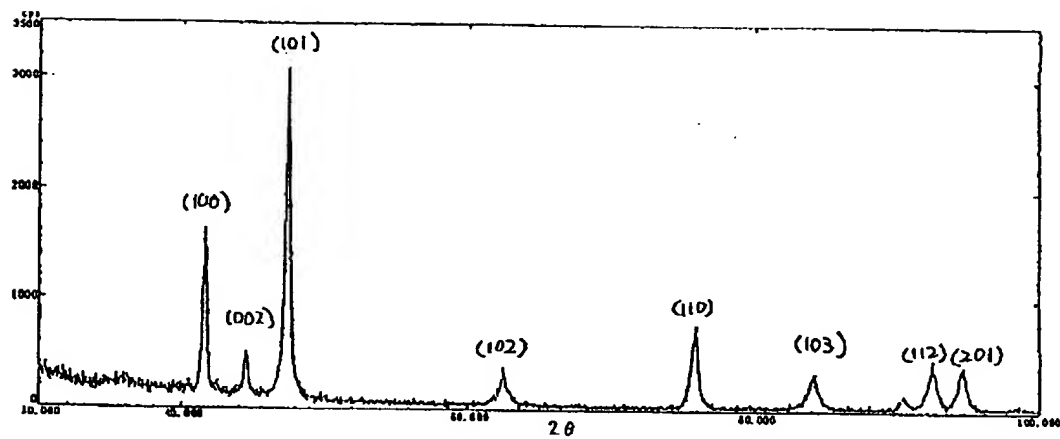
【図3】比較例1のターゲットについて、スパッタ面でのX線回折チャートである。

【図4】比較例1のターゲットについて、スパッタ面に垂直な面でのX線回折チャートである。

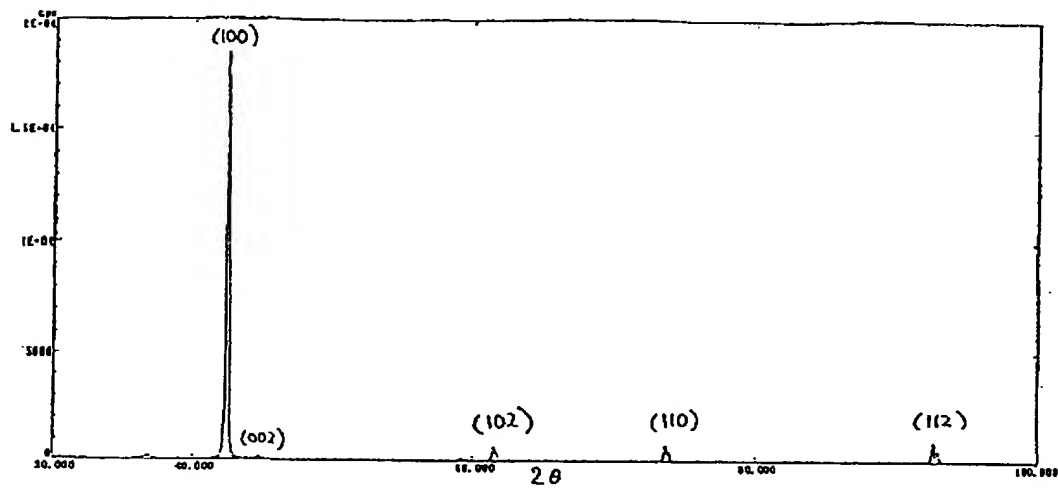
【図1】



【図2】



【図3】



【図4】

